

PAT-NO: JP402247374A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02247374 A

TITLE: **CRUCIBLE** FOR EVAPORATION SOURCE AND THIN FILM
FORMATION
USING SAME

PUBN-DATE: October 3, 1990

INVENTOR-INFORMATION:
NAME
IWABORI, YASUO

ASSIGNEE-INFORMATION:
NAME COUNTRY
HITACHI LTD N/A

APPL-NO: JP01066106

APPL-DATE: March 20, 1989

INT-CL (IPC): **C23C014/24**

US-CL-CURRENT: **118/726**

ABSTRACT:

PURPOSE: To efficiently form a high pressure vapor of vapor deposition material free from contamination with impurities by fitting a secondary **crucible** composed of a material difficult to react with a vapor deposition material in a **crucible** body, placing the vapor deposition material in the above secondary **crucible**, and then heating an evaporated vapor.

CONSTITUTION: A secondary **crucible** 4 consisting of a material difficult to react with a vapor deposition material, such as ceramics and BN, is fitted in

the inside of a crucible body 1. The top of the crucible body 1 is covered with a lid 2 and a nozzle 3 is provided in this lid 2, and the crucible body 1 is constituted of a conductive material, such as carbon graphite, and efficiently heated by an electron impact method up to a sufficiently high temp. Further, an overhang 7 is peripherally provided to the upper end of the above secondary crucible 4 to prevent the bumping of the vapor deposition material 5. Moreover, the secondary crucible 4 is constituted so that its height is lower than that of the crucible body 1 to form a vapor heating part 6 in the upper space. Then, the vapor deposition material 5 is held in the above secondary crucible 4, evaporated, and further heated, by which a high pressure vapor with high purity is formed. This vapor is blown out in the form of clusters through the nozzle 3, by which a thin film with high quality can be formed.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平2-247374

⑬ Int. Cl.³
C 23 C 14/24

識別記号 庁内整理番号
8520-4K

⑭ 公開 平成2年(1990)10月3日

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全4頁)

⑮ 発明の名称 蒸発源用るつば及びそれを用いた薄膜成膜方法

⑯ 特 願 平1-66106

⑰ 出 願 平1(1989)3月20日

⑱ 発 明 者 岩 堀 泰 雄 神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地 株式会社日立製作所生産技術研究所内

⑲ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

⑳ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

蒸発源用るつば及びそれを用いた薄膜成膜方法

2. 特許請求の範囲

1. るつば本体の内部に、蒸着物質と反応しにくい物質から成る圓るつばをはめ込み、圓るつば内には蒸着物質を収容し、圓るつばの上方に蒸気加熱部を設けたことを特徴とする蒸発源用るつば。

2. るつば本体が導電性物質から成ることを特徴とする請求項1記載の蒸発源用るつば。

3. ノズルを有するふたを備えたことを特徴とする請求項1又は2記載の蒸発源用るつば。

4. 圓るつば上部に突出し部を設けたことを特徴とする請求項3記載の蒸発源用るつば。

5. 所定の真空度になつている真空槽内に、蒸着物質を収容している請求項1又は2又は3又は4記載のるつばと、所定の薄膜を成膜すべき基板を配置し、前記るつばを加熱し、蒸着物質を蒸気化することによつて基板上に所定の薄膜を

形成することを特徴とする薄膜成膜方法。

6. るつばのノズルから噴射される蒸着物質のクラスターをイオン化し、これを別途具備するイオン引出し電極の負電位により加速することを特徴とする請求項5記載の薄膜成膜方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は蒸発源用るつばと、それによる薄膜成膜方法に係り、特に高品質の薄膜を安定して成膜できるるつば構造及び薄膜成膜方法に関する。

〔従来の技術〕

従来、物質を加熱蒸発させて薄膜形成を行う真空蒸着、クラスターイオンビーム蒸着法等においては、物質の容器としてるつばを用いるのが一般的であり、この代表的なものとしては、特開昭59-203,644に記載されている。この方法は、るつば本体を、内部に収容する蒸着物質と反応しにくい物質で形成し、本体の外表面を導電性材料で被覆するもので、この場合の加熱方法としては電子衝撃法が一般的である。

〔発明が解決しようとする課題〕

本方法は、るつぼ本体が蒸着物質と反応しにくい物質なので、蒸着物への不純物混入が少なく、又るつぼ本体の破損等もなく、品質の良い膜が比較的安定して成膜できる。他方、例えばセラミックス系の物質では、絶縁性である為、加熱方法として電子衝撃法を用いることが出来ないで、外表面を導電性材料で被覆することにより、本被覆部分を電子衝撃法で加熱することにより、るつぼ本体を間接的に加熱し、内部の蒸着物質を溶融、蒸発させるものである。しかしながら、本方法では、るつぼ本体は外側の被覆材からの熱を受けての加熱であり、内部の蒸着物質を加熱、溶融し必要な圧力の蒸気、あるいは所定の膜形成速度を得る目的に鑑みて必ずしも効率の良い方法ではない。例えば、クラスティオンビーム法では、高温すなわち高圧の蒸気をるつぼ内に効率良く作り出す必要があり、従来方法では安定した成膜は期待出来ない。本発明の目的は、かかる欠点を解消し、蒸着物への不純物混入のない、高圧の蒸気をるつ

ぼ内に効率良く作り出すつぼ構造を提供することにある。

本発明の他の目的は、るつぼを用いて、高品質の薄膜を安定して成膜出来る、薄膜成膜方法を提供することにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明の目的は、効率良く加熱されるるつぼ本体中に、蒸着物と反応しにくい物質から成り溶融部を形成する容器をはめ込み、その上方に蒸気加熱部を設けることにより達成される。

本発明の他の目的は、上記構造のるつぼと、薄膜を形成すべき基板を真空槽内に配置し、前記るつぼを加熱し蒸着物質を蒸気化することによつて達成される。

〔作用〕

るつぼ内部にはめ込まれた容器は、るつぼ本体からの熱を受けて蒸着物を溶融し、蒸気加熱部においてはるつぼ本体により蒸着物の蒸気が直接加熱されるので、高圧の蒸気が効率良く生成される。したがって、本るつぼを用いた薄膜成膜方法によ

り高品質の薄膜が安定して成膜できる。

〔実施例〕

以下、本発明の実施例を図によつて説明する。第1図は、本発明の一実施例たるクラスティオンビーム蒸着用るつぼの代表的な構造を示す縦断面図である。1はるつぼ本体、2はるつぼ本体と共なるつぼを形成するふた、3はノズル、4はるつぼ本体内部にはめ込まれた圓るつぼ、5は蒸着物質、6は蒸気加熱部、7は圓るつぼ上部に設けられた強出し部である。るつぼ本体1は、例えばカーボングラファイト等の導電性物質から成っており、電子衝撃法によつて、効率良く充分高温に加熱される。圓るつぼ4は、蒸着物と反応しにくい物質、例えばセラミックス、ボロンナイトライドなどから成り、高さはるつぼ本体1より小さく、その外壁はるつぼ本体1の内壁に密着する形状、寸法になつており、るつぼ本体1の内部に図の如くはめ込まれる。したがって、るつぼ本体1の内部には、圓るつぼ4の部分とその上方に空間すなわち蒸気加熱部6が出来た。圓るつぼ4は、外側に

密着しているるつぼ本体1により加熱され蒸着物質5が溶融し、上方の蒸気加熱部6に蒸着物質の蒸気が満たされる。蒸気加熱部6は、導電材質であるるつぼ本体1の内壁に直接接しているため、蒸気は圓るつぼ4内よりも更に高温に熱せられ高圧の蒸気となり、ノズル3よりクラスタ（塊状原子集団）となつて噴出される。以上の説明で明らかのように、本構造によれば、蒸着物質5への不純物混入がなくなり、又、圓るつぼ4の温度がそれほど上がらない場合でも充分高圧の蒸気が生成されることになる。尚、圓るつぼ4の上部の強出し部7は蒸着物質5の突沸による、るつぼ本体1の上部への蒸着物付着を防ぐためのものであり、成膜を安定して行う上で効果が大きい。

第2図は、本発明の他の実施例たるクラスティオンビーム蒸着方法を示すものである。真空槽8内にるつぼ1'を置き、排気孔9により真空槽8内を $10^{-4} \sim 10^{-5}$ Torrの高真空に排気する。るつぼ1'は、前述の如く、導電性物質からなるるつぼ本体に圓るつぼをはめ込み、その上方に蒸気加熱部

を有する構造になっている。るつぼ内には蒸着物質5を入れ、蒸気圧が数 Torr に相当する温度に加熱する。本実施例ではフィラメント10により電子衝撃法で加熱する。すなわち、フィラメント10に対して正電位を有するるつぼ1に、フィラメント10より、フィラメントに通電することにより発生する熱電子が飛来し高温に加熱されるものである(尚、加熱方法としては、他に高周波加熱法、ヒーター方式等がある)。すると、実施例1において詳述した如く、るつぼ1内には高温、すなわち高圧の蒸着物質の蒸気が効率良く安定して生成され、るつぼ外との圧力差によりノズル3から噴出されるが、この際に断熱膨張による過冷却状態によつて蒸着物質は塊状原子集団(いわゆるクラスター)になる。本クラスターの生成機構は、特公開54-9592 に詳述されている。このクラスターを何らかの手段によつてイオン化して蒸板に射突、付着させるのがクラスターイオンビーム法であるが、本実施例ではマイクロ波プラズマによつてクラスターのイオン化を図る(クラスターのイ

オン化方法としては、熱電子放射用フィラメントよりクラスターに電子流を照射してイオン化する方法もある)。すなわち、マイクロ波発振源11で発生した数GHz(通常は2.45GHz)のマイクロ波が導波管12により、真空保持用の密閉板13を介して真空槽8内に導入される。密閉板13は、マイクロ波を通過させる為に、例えば石英板などの誘電体を用いる。マイクロ波発振源11と密閉板13の間には、インピーダンス整合用のチューナ14、入射及び反射波検出用のパワーモニタ15、反射波吸収用のアイソレータ16を設置する。尚、17はマイクロ波発振源用電源である。真空槽8内に導入されたマイクロ波は、電磁コイル18、19(電流は19)により規定される磁界条件により電子サイクロトロン共振を起し、高密度、高エネルギーのプラズマが発生する。すなわち、磁界がかかっている場合、電子は磁力線の回りを螺旋運動(いわゆるサイクロトロン運動)し、この時の周波数 f_0 は $f_0 = eB/m_0$ から一義的に定まる。ここで、 e = 電子の素電荷、 B = 磁界の強さ、 m_0 = 電子の質量で

ある。この f_0 と、導入されるマイクロ波の周波数を一致させると上記の電子サイクロトロン共振(ECR)が起り、電子が激しく動きまわつて大きな運動エネルギーを有するようになる。この結果、プラズマの電離が促進され、プラズマ密度も大きくなる。工業用のマイクロ波の周波数は通常2.45GHzであり、したがつて、上式より磁界強さは875 Gaussとして設定される。このECRの効果により、第2図の真空槽内には高密度のプラズマが発生し、その中に存在する多数の電子は大きなエネルギーを有している。したがつて、前述のクラスターが、このプラズマ領域を通過する際、高エネルギーを有する電子と衝突し、クラスター中の原子がイオン化される確率が大きくなり、いわゆるクラスターイオンが出来やすくなる。このようにして出来たクラスターイオンは、るつぼ1に対して負電位を有する加速電極20により加速されて蒸板21に射突し所定の成膜が実現することになる。尚、クラスターイオンの加速方法としては、本図の如く加速電極20を特に設けず、蒸板側負電

位のみで加速する方法、あるいは、蒸板側に加速電極20以上の負電位を印加してクラスターイオンを再加速する方法もある。

以上述べた如く、本方法によれば、導電性物質からなるるつぼ本体にるつぼをはめ込み、その上方に蒸気加熱部を有する構造のるつぼを用いることにより不純物の少ない高品質のクラスターが効率良く安定して生成され、更にこのクラスターをECRプラズマによつてイオン化することにより所定の成膜が実現される。

〔発明の効果〕

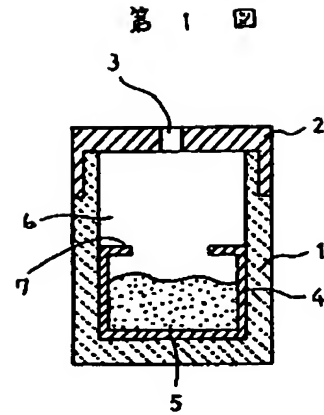
本発明によれば、るつぼから蒸着物質への不純物混入がなく、又、加熱効率良く高圧の蒸着物質蒸気を生成できる効果があり、特にクラスターイオンビーム蒸着において高品質の薄膜を安定して成膜出来る効果がある。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の一実施例たるクラスターイオンビーム蒸着用るつぼの代表的な構造を示す縦断面図、第2図は、本発明の他の実施例たるクラス

タイオンビーム蒸着方法を示す一部断面図である。

- | | |
|------------------|---------------|
| 1 - るつば本体 | 1' - るつば |
| 2 - ふた | 3 - ノズル |
| 4 - 覆るつば | 5 - 蒸着物質 |
| 6 - 蒸気加熱部 | 7 - 発出し部 |
| 8 - 真空槽 | 9 - 排気孔 |
| 10 - フィラメント | 11 - マイクロ波発振器 |
| 12 - 導波管 | 13 - 密閉板 |
| 14 - チューナ | 15 - パワーモニタ |
| 16 - アイソレータ | |
| 17 - マイクロ波発振器用電源 | |
| 18, 18' - 電磁コイル | 19 - 電磁コイル用電源 |
| 20 - 加速電極 | 21 - 基板 |



代理人 弁理士 小 川 勝 男

第 2 図

